

WO9850599

Publication Title:

QUARTZ GLASS COMPONENT FOR A REACTOR HOUSING AND METHOD FOR ITS PRODUCTION AND APPLICATION

Abstract:

Abstract of WO9850599

The invention relates to a traditional, bell-shaped quartz glass component for a reactor chamber of a plasma etching device. This traditional quartz glass component comprises a substrate body made of a first quartz glass quality, and an inner surface facing a reactor interior. This inner surface has an average surface roughness R_a of more than 1 μm in at least one wrinkle area. The invention seeks to obtain a quartz glass component for a reactor housing which produces, as far as possible, no particles in the reactor chamber; whose interior surface, which faces the reactor interior, demonstrates high adhesion for material coatings deposited thereon; and which is particularly long-lasting. To this end, the wrinkle area consists of a bubble layer deposited on the substrate body and made of a second quartz glass quality with open pores. The invention also relates to a simple method for producing a quartz glass component of this kind, which enables the reproducible setting of a given surface roughness. The method comprises the following steps: a blank is moulded from a SiO_2 -containing grain mix; the blank is partially or completely vitrified by heating to a temperature over 1000 DEG C; an additional component, which reacts during vitrification on release of a gas, is admixed to the SiO_2 -containing grain mix in a wrinkle area during moulding of the blank interior surface. As a result of this, a porous bubble layer is produced in the wrinkle area during vitrification. Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

PCT
 WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
 Internationales Büro
 INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
 INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

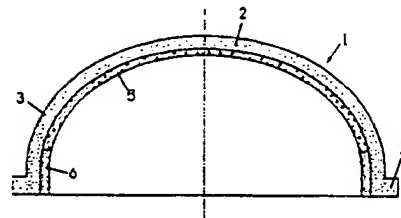
(51) Internationale Patentklassifikation ⁶ : <p style="text-align: center; font-weight: bold;">C23C 16/00</p>	A2	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/50599 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 12. November 1998 (12.11.98)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP98/02685 (22) Internationales Anmeldedatum: 7. Mai 1998 (07.05.98) (30) Prioritätsdaten: 197 19 133.9 7. Mai 1997 (07.05.97) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HER- AEUS QUARZGLAS GMBH [DE/DE]; Quarzstrasse, D-63450 Hanau (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): HELLMANN, Dietmar [DE/DE]; Bachweg 2, D-63589 Linsengericht (DE). LEIST, Johann [DE/DE]; Breite Schneise 13, D-63674 Altenstadt (DE). (74) Anwalt: STAUDT, Armin; Heraeus Quarzglas GmbH, Schutzrechte, Quarzstrasse, D-63450 Hanau (DE).	(81) Bestimmungsstaaten: JP, KR, SG, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Veröffentlicht <i>Ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts.</i>	

(54) Title: QUARTZ GLASS COMPONENT FOR A REACTOR HOUSING AND METHOD FOR ITS PRODUCTION AND APPLICATION

(54) Bezeichnung: QUARZGLAS-BAUTEIL FÜR EIN REAKTORGEHÄUSE SOWIE HERSTELLUNGSVERFAHREN UND ANWENDUNG DAFÜR

(57) Abstract

The invention relates to a traditional, bell-shaped quartz glass component for a reactor chamber of a plasma etching device. This traditional quartz glass component comprises a substrate body made of a first quartz glass quality, and an inner surface facing a reactor interior. This inner surface has an average surface roughness R_a of more than $1 \mu\text{m}$ in at least one wrinkle area. The invention seeks to obtain a quartz glass component for a reactor housing which produces, as far as possible, no particles in the reactor chamber; whose interior surface, which faces the reactor interior, demonstrates high adhesion for material coatings deposited thereon; and which is particularly long-lasting. To this end, the wrinkle area consists of a bubble layer deposited on the substrate body and made of a second quartz glass quality with open pores. The invention also relates to a simple method for producing a quartz glass component of this kind, which enables the reproducible setting of a given surface roughness. The method comprises the following steps: a blank is moulded from a SiO_2 -containing grain mix; the blank is partially or completely vitrified by heating to a temperature over 1000°C ; an additional component, which reacts during vitrification on release of a gas, is admixed to the SiO_2 -containing grain mix in a wrinkle area during moulding of the blank interior surface. As a result of this, a porous bubble layer is produced in the wrinkle area during vitrification.



(57) Zusammenfassung

Es wird von einem bekannten Quarzglas-Bauteil in Form einer Glocke für eine Reaktorkammer, insbesondere für die Reaktorkammer einer Plasma-Ätzvorrichtung ausgegangen. Das bekannte Quarzglas-Bauteil umfaßt einen Substratkörper aus einer ersten Quarzglas-Qualität, mit einer einem Reaktor-Innenraum zugewandten Innenoberfläche, die in mindestens einem Aufrauungsbereich eine mittlere Rauhtiefe R_a von mehr als $1\mu\text{m}$ aufweist. Um hiervon ausgehend ein Quarzglas-Bauteil für ein Reaktorgehäuse anzugeben, das möglichst keine Partikel in der Reaktorkammer erzeugt, und dessen dem Reaktorinnenraum zugewandte Innenoberfläche sich durch hohe Haftfestigkeit für darauf abgeschiedene Materialsichten und eine besonders lange Lebensdauer auszeichnet, wird erfindungsgemäß vorgeschlagen, daß der Aufrauungsbereich von einer auf dem Substratkörper ausgebildeten Blasenschicht aus einer zweiten Quarzglas-Qualität gebildet wird, die offene Poren aufweist. Ein einfaches Verfahren zur Herstellung eines derartigen Quarzglas-Bauteils, das die reproduzierbare Einstellung einer vorgegebenen Oberflächenrauigkeit ermöglicht, umfaßt die folgenden Verfahrensschritte: Formen eines Rohlings aus SiO_2 -haltiger Körnung, teilweises oder vollständiges Verglasen des Rohlings durch Erhitzen auf eine Temperatur oberhalb von 1000°C , wobei der SiO_2 -haltigen Körnung beim Formen der Innenoberfläche des Rohlings in einem Aufrauungsbereich eine beim Verglasen unter Freisetzung eines Gases reagierende Zusatzkomponente zugemischt wird, wodurch beim Verglasen im Aufrauungsbereich eine porenhaltige Blasenschicht erzeugt wird.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Amenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

Quarzglas-Bauteil für ein Reaktorgehäuse sowie Herstellungsverfahren und Anwendung dafür

Die Erfindung betrifft ein Quarzglas-Bauteil für ein Reaktorgehäuse, umfassend einen Substratkörper aus einer ersten Quarzglas-Qualität, mit einer einem Reaktor-Innenraum zugewandten Innenoberfläche, die in mindestens einem Aufrauungsbereich eine mittlere Rauhtiefe R_a von mehr als 1 μm aufweist. Weiterhin betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines Quarzglas-Bauteils für ein Reaktorgehäuse, insbesondere für eine Reaktorkammer einer Plasma-Ätzvorrichtung, umfassend die folgenden Verfahrensschritte: a) Formen eines Rohlings aus SiO_2 -haltiger Körnung und b) teilweises oder vollständiges Verglasen des Rohlings durch Erhitzen auf eine Temperatur oberhalb von 1000 °C.

Quarzglasbauteile der angegebenen Gattung werden beispielsweise als Quarzglas-Glocken für die Reaktorkammern in Plasma-Ätzvorrichtungen verwendet. Derartige Ätzvorrichtungen werden für das Ätzen von Halbleiterscheiben eingesetzt. Die Oberfläche von Halbleiterscheiben ist nach einer chemischen Vorbehandlung üblicherweise mit dielektrischen Schichten, wie Oxid- oder Nitridschichten, oder elektrisch leitenden Schichten, wie Silizid- oder Polysiliziumschichten, belegt. Zur Herstellung einer freien Siliziumoberfläche werden diese Schichten mittels eines Plasmaprozesses abgetragen. Dabei schlagen sich die abgetragenen Materialien wiederum als Schichten auf den Innenwandungen der Reaktorkammer nieder. Ab einer gewissen Schichtdicke platzen diese Schichten ab und führen so zu Partikelproblemen. Um dies zu verhindern, werden die entsprechenden Oberflächen von Zeit zu Zeit gereinigt. Das Reinigen der Oberflächen ist zeit- und kostenaufwendig. Um den Aufwand zu verringern, sind möglichst lange Zeitintervalle zwischen den Reinigungsschritten erwünscht.

Es ist bekannt, daß aufgerauhte Oberflächen dickere Schichten halten können. Zum Aufrauen der Innenoberflächen von Quarzglas-Glocken werden üblicherweise Sandstrahlverfahren

eingesetzt. Üblicherweise wird eine mittlere Rauigkeit von wenigstens 1 μm erwünscht. Der Wert für die mittlere Rauhtiefe R_a wird entsprechend DIN 4768 ermittelt.

Durch das Sandstrahlen werden auf der Quarzglas-Oberfläche zwar Strukturen erzeugt, die einerseits zu einer festeren Haftung von Schichten beitragen, andererseits werden dadurch aber auch von der Oberfläche ausgehende Risse erzeugt, die wiederum zu einem Abblättern der Schichten führen. Dies führt zu Partikelproblemen im Reaktorraum. Darüberhinaus erweist sich eine homogene Bearbeitung der gesamten Innenoberfläche einer Quarzglas-Glocke und die Einhaltung exakter Dimensionen beim Sandstrahlen als problematisch. Durch mehrmaliges Sandstrahlen verändert sich die Rauigkeit der Innenoberfläche. Dies kann die weitere Brauchbarkeit der Glocke und damit deren Lebensdauer beeinträchtigen.

Für die Herstellung einer Quarzglas-Glocke für eine Reaktorkammer kann die Einstreutechnik eingesetzt werden, wie sie für die Herstellung von Tiegeln aus Quarzglas verwendet wird. Ein Verfahren zur Herstellung einer Glocke aus Quarzglas für die Reaktorkammer einer CVD-Beschichtungsanlage ist in der EP-A2 715 342 beschrieben. Zunächst wird in eine metallische Schmelzform kristallines oder amorphes SiO_2 -Pulver eingefüllt und dieses unter Rotation der Schmelzform um ihre vertikale Achse zu einer körnigen Außenschicht mit einer Schichtdicke von etwa 20 mm geformt. Die Außenschicht wird anschließend mittels eines Lichtbogens von innen erhitzt und aufgeschmolzen bzw. gesintert. Die Innenoberfläche des so hergestellten Quarzglas-Rohlings ist dicht und glatt. Zur Aufrauhung ist das oben angegebene Sandstrahlverfahren geeignet. Durch Anschmelzen eines Flansches an den Rohling wird die Quarzglas-Glocke fertiggestellt.

Das bekannte Verfahren ist besonders empfindlich in Bezug auf die Homogenität des Temperaturfeldes während des Einstreuens der Körnung und während des Verglasens. Davon hängt die Rauigkeit der Innenoberfläche nach dem Sandstrahlen ab. Die reproduzierbare Einhaltung der Rauigkeit erfordert einen hohen Aufwand.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Quarzglas-Bauteil für ein Reaktorgehäuse anzugeben, das möglichst keine Partikel in der Reaktorkammer erzeugt, und das sich durch hohe Haftfestigkeit für Materialsichten und eine besonders lange Lebensdauer auszeichnet. Weiterhin liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein einfaches Verfahren zur Herstellung eines derartigen Quarzglas-Bauteils bereitzustellen, das die reproduzierbare Einstellung einer vorgegebenen Oberflächenrauigkeit ermöglicht.

Hinsichtlich des Quarzglas-Bauteils wird diese Aufgabe ausgehend von der eingangs beschriebenen Quarzglas-Glocke erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß im Aufrauhungsbereich eine auf dem Substratkörper ausgebildete Blasenschicht aus einer zweiten Quarzglas-Qualität vorgesehen ist, die offene Poren aufweist.

Der Aufrauhungsbereich umfaßt denjenigen Teil der dem Reaktor-Innenraum zugewandten Innenoberfläche des Quarzglas-Bauteils, auf dem beispielsweise ein Abscheiden von Materialschichten während des bestimmungsgemäßen Einsatzes des Bauteils erwartet wird. Er kann auch die gesamte Innenoberfläche des Quarzglas-Bauteils umfassen. Das Abscheiden von Materialschichten kann aufgrund chemischer Reaktionen erfolgen, oder aufgrund physikalische Vorgänge, wie Erhitzen, Verdampfen, Erschmelzen, Sublimieren usw. Die Blasenschicht umfaßt den ganzen Aufrauhungsbereich oder einen Teil davon. Durch die Blasenschicht kann nicht nur die Haftung von Materialschichten verbessert werden, sondern darüberhinaus können mittels der Blasenschicht auch optische Eigenschaften des Bauteils, wie Transmission oder Absorption, im Aufrauhungsbereich gezielt beeinflußt werden.

Die offenen Poren im Aufrauhungsbereich führen zu einer besonders geeigneten Art der Oberflächenrauigkeit, im Hinblick auf eine feste Haftung darauf abgeschiedener Materialschichten. Die offenen Poren bilden im Aufrauhungsbereich eine Oberflächen-Mikrostruktur, die sich durch eine Vielzahl von Haftstellen und Angriffspunkten für darauf abgeschiedene Schichten auszeichnet. Darüberhinaus trägt die Porenstruktur zu einer günstigen Spannungsverteilung zwischen dem Quarzglas und dem Schichtmaterial bei, indem eine dreidimensionale Verteilung der entstehenden Spannungen gewährleistet wird. Aufgrund der offenen Poren wird eine besonders hohe Haftfestigkeit für Materialschichten erreicht, die es erlaubt, ohne Gefahr von Abplatzungen, ein Abscheiden besonders dicker Materialschichten auf der Innenoberfläche des Quarzglas-Bauteils zuzulassen. Die Zeitintervalle für die Reinigung können daher verlängert werden, was die Lebensdauer der Quarzglas-Bauteil verlängert.

Dazu trägt auch bei, daß im Aufrauhungsbereich eine porenhaltige Blasenschicht vorgesehen ist. Außer den offenen Poren im oberflächennahen Bereich enthält die Blasenschicht auch Poren, die nicht unmittelbar an der Innenoberfläche enden. Diese Poren können geschlossen sein. Durch einen Abtrag oberflächennaher Bereiche der Blasenschicht, beispielsweise während des bestimmungsgemäßen Einsatzes des Quarzglas-Bauteils in einer Ätzanlage oder auch beim Entfernen darauf abgeschiedener Materialschichten durch Ätzen oder durch

Sandstrahlen, werden diese tieferliegenden Poren zu offenen, unmittelbar an der Oberfläche endenden Poren. Die durch die offene Porosität charakterisierte Oberflächen-Mikrostruktur ändert sich daher auch bei einem Abtrag oberflächennaher Schichten nicht oder nur unwesentlich, solange die Blasenschicht nicht abgetragen ist. Dies trägt zu einer zeitlich konstanten Rauigkeit der Innenoberfläche und damit zu einer langen Lebensdauer des Quarzglas-Bauteils bei.

Die Blasenschicht ist auf dem Substratkörper ausgebildet. Sie macht somit nur einen Teil der Wandstärke des Quarzglas-Bauteils im Aufrauungsberich aus. Das Bauteil umfaßt daher mindestens zwei Schichten, die sich in ihrer Quarzglas-Qualität unterscheiden, wobei hier unter dem Begriff "Qualität" die Summe der chemischen, physikalischen oder optischen Eigenschaften der jeweiligen Quarzgläser bezeichnet sein sollen. Die Blasenschicht, die nur einen Teil der Wandstärke des Bauteils umfaßt, kann beispielsweise im Hinblick auf die Haftfestigkeit von Materialschichten optimiert sein, während der Substratkörper hinsichtlich anderer Eigenschaften, wie Transmission, mechnischer Festigkeit oder Herstellungskosten Vorteile haben kann.

Unter einem Reaktor wird im folgenden ein Reaktionsgefäß verstanden, innerhalb von dem chemische Reaktionion oder physikalische Vorgänge, wie Erhitzen, Verdampfen, Erschmelzen, Sublimieren usw. vollständig oder zum Teil ablaufen. Das Quarzglas-Bauteil kann beispielsweise als Abdeckung für das Gehäuse des Reaktors oder als Reaktor-Gehäuse selbst dienen. Derartige Gehäuse sind in vielerlei Formen bekannt, beispielsweise als Glocke, Rohr oder Halbschale.

Vorteilhafterweise liegt die mittlere Dicke der porenhaltigen Blasenschicht im Bereich von 0.5 mm bis 5 mm, wobei sie in porenfreies oder porenarmes Quarzglas eingebettet ist. Die porenhaltige Blasenschicht zeichnet sich durch eine große spezifische Oberfläche aus. Diese kann relativ leicht abgesputtert werden, so daß die laterale Ausdehnung der Blasenschicht auf das Erforderliche beschränkt wird. Eine Blasenschicht wird dabei nur in demjenigen Bereich der Innenoberfläche vorgesehen, in dem während des Einsatzes des Bauteils die stärkste Abscheidung zu erwarten ist. Im übrigen kann die Innenoberfläche porenfrei oder porenarm sein. Als porenarm wird ein Quarzglas bezeichnet, bei dem die Blasenhäufigkeit maximal 0.003 pro cm^3 Quarzglas beträgt, wobei Blasen mit einem mittleren Durchmesser von weniger als 10 μm außer Betracht gelassen werden. Die Dicke der Blasenschicht kann innerhalb eines Bauteils variieren. Beispielsweise kann sie in Bereichen größere Abtragung dicker ausgebildet sein und zum Rand dieser Bereiche hin allmählich dünner werden. Aufgrund ihrer Blasenhaltigkeit zeichnet sich die Blasenschicht auch durch eine geringe optische Transmission aus, so

daß dickere Blasenschichten in Bereichen nützlich sein können, in denen einfallende Strahlung in den Reaktor abgeschirmt oder die Streuung optischer Strahlung aus dem Reaktor vermindert werden soll.

Durch die Einbettung der Blasenschicht in porenfreies oder porenarmes Quarzglas werden freie Schichtränder vermieden. Derartige freie Schichtränder könnten die Haftfestigkeit für abge-schiedene Materialschichten vermindern und sie stellen eine Verunreinigungsquelle dar. Die seitlichen Ränder der Blasenschicht können kontinuierlich in Bereiche aus porenfreiem oder po-renarmem Quarzglas übergehen.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Quarzglas-Bauteils wird die Innenoberfläche in einem Abtragungsbereich aus einer Transparentschicht aus hoch-reinem Quarzglas gebildet. Denn in Abhängigkeit von der Stärke und Position eines Plasmas in der Reaktorkammer kann es zu Abtragungen der Innenoberfläche des Quarzglas-Bauteils in ei-nem Abtragungsbereich kommen. Aufgrund von im Quarzglas enthaltenen Verunreinigungen kann ein Abtrag zu Verunreinigungen des Reaktorinnenraumes führen. Gemäß der Erfindung ist im Abtragungsbereich eine Transparentschicht aus hochreinem Quarzglas vorgesehen. Die Transparentschicht ist porenfrei und transparent; sie besteht aus vollständig verglastem Quarz-glas. Sie zeichnet sich durch eine kleine spezifische Oberfläche aus, was einen Abtrag behin-dert. Darüberhinaus gewährleistet das hochreine Quarzglas, daß möglichst wenig Verunreigun-gen in die Reaktorkammer abgegeben werden. Unter einem hochreinen Quarzglas wird insbe-sondere ein synthetisch hergestelltes Quarzglas verstanden. Dieses ist relativ teuer; dadurch, daß die Transparentschicht aber nur einen Teil der Innenoberfläche bildet, können die Herstel-lungskosten gering gehalten werden.

Dies trifft insbesondere zu, für eine Transparentschicht mit einer mittleren Dicke im Bereich von 0.5 mm bis 5 mm, die in Quarzglas geringerer Reinheit eingebettet ist. Die Transparentschicht bedeckt Quarzglas geringerer Reinheit und gleichzeitig geht sie an ihren Rändern in Bereiche aus Quarzglas geringerer Reinheit über. Freie Ränder und die damit einhergehenden Nachtei-le, wie sie weiter oben erläutert sind, werden vermieden. Eine gleichmäßige Dicke der Transpa-rentschicht ist nicht erforderlich.

Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Quarzglas-Bauteils besteht darin, daß unter-schiedlich beanspruchte Bereiche der Innenoberfläche, nämlich der Aufräuhungsbereich

einerseits und der Abtragungsbereich andererseits, in ihren chemischen, optischen oder morphologischen Eigenschaften an die jeweiligen Beanspruchungen angepaßt sind.

Als besonders vorteilhaft hat es sich eine Blasenschicht erwiesen, bei der das mittlere Porenvolumen mindestens 3 %, bevorzugt mindestens 5 % beträgt. Unterhalb eines Porenvolumens von 3 % ist der Effekt der Blasenschicht, insbesondere in Bezug auf die Haftfestigkeit, gering.

Als günstig im Hinblick auf die Haftfestigkeit von Materialschichten hat sich eine Blasenschicht erwiesen, bei der der mittlere Durchmesser der Poren im Bereich zwischen 50 µm und 150 µm liegt. Poren mit sehr kleinen Durchmessern können in dieser Hinsicht unberücksichtigt bleiben, so daß für die Ermittlung des mittleren Durchmessers Poren mit einem Durchmesser von weniger als 10 µm außer acht gelassen werden.

Durch besonders hohe Haftfestigkeit von Materialschichten zeichnet sich eine Ausführungsform des Quarzglas-Bauteils aus, bei dem die mittlere Porendichte in der Blasenschicht mindestens 30 Poren/mm² beträgt.

Hinsichtlich des Verfahrens wird die oben angegebene Aufgabe ausgehend von den eingangs erläuterten Verfahrensschritten a) und b) erfindungsgemäß dadurch gelöst,

- c) daß der Körnung beim Formen der Innenoberfläche des Rohlings in einem Aufrauhungsbereich eine beim Verglasen unter Freisetzung eines Gases reagierende Zusatzkomponente eingesetzt wird, und
- d) daß durch die Freisetzung des Gases im Aufrauhungsbereich eine porenhaltige Blasenschicht erzeugt wird.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird der SiO₂-haltigen Körnung beim Formen der Innenoberfläche des Rohlings im Aufrauhungsbereich eine Zusatzkomponente zugegeben, die beim Verglasen der Körnung unter Bildung der Blasenschicht Gase erzeugt. Durch das Verfahren wird die Innenoberfläche im Aufrauhungsbereich gezielt verändert. Dicke und Ausdehnung der Blasenschicht werden durch die Menge und die lokale Verteilung der Zusatzkomponente bestimmt.

Beim Formen der Innenoberfläche kann der Rohling im übrigen als poröser, noch zu verglasender Körper vorliegen, oder bereits in Form eines Quarzglas-Körpers. Die oben genannten Verfahrensschritte a) und b) können gleichzeitig oder nacheinander ausgeführt werden. Die

gezielte lokale Verteilung der Zusatzkomponente beim Formen der Innenoberfläche stellt für den Fachmann kein Problem dar. Es sind hierfür eine Vielzahl von Verfahren bekannt, beispielsweise durch Einstreuen, Aufschütten, Beschichten. Insbesondere bei der sogenannten Einstreutechnik wird hierzu die mit der Zusatzkomponente versehene SiO_2 -Körnung beim Einstreuen in die Form mittels eines Lichtbogens erweicht und gleichzeitig aufgrund der vom Lichtbogen erzeugten Gasströmung in Richtung auf die Innenwand der Form geschleudert, wo sie dann haften bleibt.

Die Art und Weise der Zugabe der Zusatzkomponente zu der SiO_2 -Körnung spielt für die Erfindung keine Rolle. Sie kann beispielsweise zugemischt oder zudotiert werden. Es ist auch möglich, mit der Zusatzkomponente getränkte oder beschichtete SiO_2 -Körnung einzusetzen. Wesentlich ist, daß die Zusatzkomponente bei den üblichen Verglasungstemperaturen, die zwischen 1500°C und 2000°C liegen, Gas abgibt. Das Gas kann sich beispielsweise aufgrund Zersetzung der Zusatzkomponente oder durch chemische Reaktion bilden. Durch die Gasbildung wird die beim Verglasen weiche Innenoberfläche im Aufrauhungsbereich blasig.

Das Ausmaß der Blasigkeit hängt von der freigesetzten Gasmenge und von der Viskosität des Quarzglas beim Verglasen ab. Sie läßt sich durch die Art und Menge der Zusatzkomponente und durch die Verglasungstemperatur reproduzierbar einstellen. Da die Blasigkeit der Blasenschicht die spätere Rauigkeit der Innenoberfläche im Abscheidungsbereich wesentlich bestimmt, läßt sich auch diese leicht reproduzierbar einstellen und einhalten.

Nach dem Verglasen der Innenoberfläche kann die Oberfläche der Blasenschicht glatt sein. Das heißt, sie weist geschlossene, aber keine oder nur wenig offene Poren auf. Eine weitere Bearbeitung der Innenoberfläche mit dem Ziel, den Aufrauhungsbereich aufzurauchen ist aber nicht unbedingt erforderlich. Denn beim späteren Einsatz der Quarzglas-Bauteil wird die Innenoberfläche häufig zwangsläufig abgetragen, sei es bei der Reinigung der Bauteil oder während ihres bestimmungsgemäßen Einsatzes, wodurch geschlossene Poren der Blasenschicht geöffnet werden und sich die gewünschte Oberflächenrauigkeit einstellt. Eine geschlossene, glatte Blasenschicht hat den Vorteil, daß sie nicht so leicht verunreinigt wird, beispielsweise beim Transport des Bauteils bzw. eines Rohlings dafür, und sich auch leichter reinigen läßt.

Üblicherweise wird die gewünschte Oberflächenrauigkeit bereits werkseitig hergestellt. Gegebenenfalls werden zum Aufrauen oberflächennahe Poren der Blasenschicht geöffnet. Zum Öffnen der Poren wird die Blasenschicht oberflächlich abgetragen. Hierfür sind die bekannten

Maßnahmen, wie Schleifen, Sandstrahlen oder Ätzen geeignet. Die Rauigkeit der Oberfläche hängt danach in erster Linie von Porenverteilung und der Porengröße ab. Diese ergibt sich aufgrund der Blasigkeit der Blasenschicht, die, wie oben dargelegt, nach Bedarf und reproduzierbar eingestellt werden kann. Die dabei abzutragende Schichtdicke ist gering, so daß, insbesondere beim Öffnen der Poren durch Ätzen, die dadurch erzeugte Rauigkeit der Innenoberfläche im Aufräuhungsbereich nicht mit einer Schädigung der Innenoberfläche einhergeht. Es wird eine rauhe, aber unbeschädigte Innenoberfläche mit großem Haftvermögen erzeugt, die nicht zu Partikelproblemen beiträgt. Die eingangs beschriebenen Nachteile der sandgestrahlten Innenoberfläche werden dadurch vermieden.

Besonders bevorzugt wird aber eine Verfahrensweise, bei der das Öffnen der Poren durch Ätzen erfolgt. Beschädigungen der Innenoberfläche werden dabei vermieden.

Alternativ dazu kann das Öffnen der Poren aber auch vorteilhaft durch Sandstrahlen erfolgen, wobei Quarzglaskörnung eingesetzt wird. Quarzglaskörnung ist im Vergleich zu den üblicherweise verwendeten Sandstrahl-Körnungen, wie beispielsweise SiC, relativ weich. Daher wird die Innenoberfläche nur wenig in Mitleidenschaft gezogen. Die Verwendung der weicheren Körnung wird ermöglicht, weil mit dem Sandstrahlen nicht die Rauigkeit der Oberfläche erzeugt werden soll, was einen relativ starken Abtrag erfordern würde, sondern lediglich die Poren der Blasenschicht geöffnet werden, wozu ein geringer Abtrag ausreicht.

Als besonders vorteilhaft hat sich der Einsatz von Si_3N_4 als Zusatzkomponente erwiesen. Si_3N_4 ist beim Verglasen der SiO_2 -Körnung in sauerstoffhaltiger Atmosphäre unter Bildung stickstoffhaltiger Gase und SiO_2 oxidierbar. Halbleitergifte, die die Brauchbarkeit des Quarzglas-Bauteils einschränken würden, entstehen dabei nicht. Auch das im Quarzglas enthaltene Si_3N_4 selbst ist in dieser Hinsicht unbedenklich.

Bei einer besonders bevorzugten Verfahrensweise wird beim Formen der Innenoberfläche des Rohlings nach Verfahrensschritt a) in einem Abtragungsbereich hochreine SiO_2 -Körnung eingesetzt, die beim Verglasen nach Verfahrensschritt b) zu einer Transparenzschicht verglast wird. Betreffend die Wirkung und Anordnung des Abtragungsbereiches wird auf die entsprechenden obigen Erläuterungen zum erfindungsgemäßen Bauteil verwiesen.

Hochreine Quarzglas-Körnung wird nur im Abtragungsbereich eingesetzt; im übrigen kann preiswertere Körnung verwendet werden. Unter einer hochreinen SiO_2 -Körnung wird insbesondere eine Körnung aus synthetisch hergestelltem SiO_2 verstanden.

Durch Ausbilden eines Flansches und gegebenenfalls durch Aufrauen im Aufrauhungsbereich wird die Quarzglas-Bauteil fertiggestellt. Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt es somit, verschiedene Bereiche der Innenoberfläche der Quarzglas-Bauteil hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung und ihrer Morphologie unterschiedlich zu gestalten und im Hinblick auf die jeweiligen Beanspruchungen und Funktionen zu optimieren.

Das erfindungsgemäße Bauteil hat sich bei einer Verwendung als Reaktorkammer einer Plasma-Ätzvorrichtung als besonders geeignet erwiesen.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand von Ausführungsbeispielen und einer Patentzeichnung näher erläutert. In der Zeichnung zeigen im einzelnen:

- Figur 1** einen Querschnitt einer ersten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Bauteils in Form einer Quarzglas-Glocke in schematischer Darstellung
- Figur 2** ebenfalls in schematischer Darstellung eine weitere Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Quarzglas-Glocke anhand eines Ausschnittes,
- Figur 3** einen Querschnitt einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Bauteils in Form eines Heizrohres in schematischer Darstellung, und
- Figur 4** eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer Blasenschicht.

In **Figur 1** ist eine Quarzglas-Glocke aus einem kuppelförmigen Basiskörper 1 dargestellt, dessen Kuppeldecke mit der Bezugsziffer 2 und dessen Seitenwand mit der Bezugsziffer 3 gekennzeichnet ist. Der Übergang zwischen Kuppeldecke 2 und Seitenwand 3 ist fließend. Der freie Rand des Basiskörpers 1 ist mit einem Flansch 4 versehen. Basiskörper 1 und Flansch 4 bestehen aus opakem Quarzglas, das aus natürlich vorkommenden Quarzrohstoffen erschmolzen ist.

Die Innenwandung des Basiskörpers 1 ist mit einer porenhaltigen Schicht, die im folgenden als HMBL-Schicht 5 (high micro bubble layer) beschichtet, und von einer transparenten Quarzglas-schicht 6 versehen. Die HMBL-Schicht 5 bedeckt die gesamte Kuppeldecke 2 und auch den

größten Teil der Seitenwand 3. Im unteren Teil der Seitenwand 3 geht die HMBL-Schicht 5 in die Quarzglasschicht 6 über. Beide Schichten 5; 6 sind ca. 4 mm dick.

Die Oberflächenstruktur der HMBL-Schicht 5 ist aus der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme von **Figur 4** ersichtlich. Die HMBL-Schicht 5 enthält eine Vielzahl von offenen Mikroporen 31 mit einem Porendurchmesser von weniger als 100 μm . Der Mittelwert des Porendurchmessers liegt bei ca. 50 μm . Die Häufigkeit pro Flächeneinheit von relativ großen offenen Mikroporen 31 mit einem Durchmesser von ca. 10 μm und mehr liegt bei ca. 50 pro mm^2 . Die Mikroporen 31 bilden Haftpunkte für darauf abgeschiedene Materialschichten und sie tragen zur Rauigkeit der Innenoberfläche bei. Zusätzlich ist die in Figur 4 dargestellte Oberfläche durch Sandstrahlen unter Verwendung von Quarzglaskörnung aufgeraut und anschließend zum Entfernen anhaftender Partikelkurz geätzt worden. Der Wert für die mittlere Oberflächenrauigkeit R_a , gemessen nach DIN 4768, beträgt 11 μm .

Die Oberfläche gewährleistet eine feste Haftung von darauf abgeschiedenen Schichten. Partikelprobleme aufgrund geschädigter oberflächennaher Schichte wurden nicht beobachtet. Mit der dargestellten Oberflächenstruktur wurde eine Steigerung der abscheidbaren Schichtdicke um 40% erreicht. Konkret konnte eine feste Haftung 180 μm dicker Materialschichten erreicht werden, während bisher die maximale Schichtdicke bei ca. 125 μm lag.

Auf der HMBL-Schicht 5 haften Materialschichten somit sehr gut. Da sich die HMBL-Schicht 5 bei der in Figur 1 gezeigten Ausführungsform, abgesehen vom unteren Teil der Seitenwand, über die gesamte Innenoberfläche der Glocke erstreckt, ist die dargestellte Quarzglas-Glocke besonders gut für solche Anwendungen geeignet, bei denen es zu Abscheidungen von Materialschichten im gesamten Innenraum der Reaktionskammer kommt. Dies ist beispielsweise bei CVD-Beschichtungsanlagen der Fall.

Die schematische Darstellung von **Figur 2** zeigt eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Bauteils, ebenfalls in Form einer Quarzglas-Glocke in Seitenansicht. Die Quarzglas-Glocke ist rotationssymmetrisch, wobei in Figur 2 nur der Ausschnitt bis zur Rotationsachse dargestellt ist.

Ein Basiskörper 7 weist eine Seitenwand 8 auf, die in eine Kuppeldecke 9 übergeht. Der freie Rand des Basiskörpers 7 ist mit einem Flansch 10 versehen, dessen Innendurchmesser

ca. 40 cm beträgt. Basiskörper 7 und Flansch 10 bestehen aus opakem Quarzglas, das aus natürlich vorkommenden Quarzrohstoffen erschmolzen ist.

Die Innenseite des Basiskörpers 7 ist im Bereich der Kuppeldecke 9 mit einer HMBL-Schicht 11 versehen, die eine Dicke von ca. 2 mm und - bei einer Projektion auf die Flanschebene 15 - einen Durchmesser von ca. 30 cm aufweist. Die Morphologie der HMBL-Schicht 11 entspricht der in Figur 4 gezeigten Oberflächenstruktur; auf die obigen Angaben dazu wird verwiesen.

Die HMBL-Schicht 11 ist umgeben von einer in der Projektion auf die Flanschebene 15 ringförmigen Schicht, die nachfolgend als TH-Schicht 13 bezeichnet wird. Die TH-Schicht 13 besteht aus hochreinem, synthetischem, transparentem Quarzglas und sie weist eine Schichtdicke von ebenfalls etwa 2 mm auf. Die Breite der TH-Schicht beträgt etwa 10 cm.

Die TH-Schicht 13 geht wiederum in eine weitere Quarzglas-Schicht 14 über, die sich von der TH-Schicht 13 bis zum unteren Rand der Quarzglas-Glocke erstreckt.

Bei der in Figur 2 dargestellten Ausführungsform der Quarzglas-Glocke überdeckt die HMBL-Schicht 11 einen Aufräumungsbereich, in dem während des bestimmungsgemäßen Einsatzes der Glocke Materialabscheidungen erwartet werden. Die TH-Schicht 13 hingegen überdeckt einen Abtragungsbereich der Quarzglas-Glocke, in dem während der Einsatzes Wandmaterial der Glocke abgetragen wird. Da die TH-Schicht 13 aus hochreinem, synthetischem Quarzglas besteht, sind derartige Abtragungen im Hinblick auf Verunreinigungen des Reaktorraumes unkritisch.

Die Quarzglas-Glocke gemäß Figur 2 ist daher besonders gut für solche Anwendungen geeignet, bei denen es gleichzeitig zu Abscheidungen von Materialschichten in einem Aufräumungsbereich, und zu Abtragungen in einem, räumlich davon getrennten Abtragungsbereich der Quarzglas-Glocke kommt. Dies ist beispielsweise bei Plasma-Ätzanlagen für die Reinigung von Halbleiterscheiben der Fall.

Nachfolgend wird ein Ausführungsbeispiel für ein Verfahren zur Herstellung der in Figur 2 gezeigten Quarzglas-Glocke beschrieben:

Es wird eine Vorform für die Quarzglas-Glocke mittels der bekannten Einstreutechnik hergestellt. Hierzu wird zunächst in eine metallische Schmelzform Quarzsand eingefüllt und dieses unter Rotation der Schmelzform um ihre vertikale Achse zu einer körnigen Außenschicht mit

einer Schichtdicke von etwa 20 mm geformt. Die so hergestellte Außenschicht wird anschließend mittels eines Lichtbogens von innen erhitzt und dabei zu opakem Quarzgals gesintert.

Beim Sintern der Außenschicht im Bereich der Kuppeldecke 9 wird in die Schmelzform Quarzsand eingestreut, dem 0,08 Gew.-% Si_3N_4 beigemischt sind. Durch die vom Lichtbogen erzeugte Gasströmung wird das Pulvergemisch in Richtung der Kuppeldecke 9 geschleudert und schmilzt dabei unter Bildung der HMBL-Schicht 11 auf. Durch die Reaktion von Si_3N_4 mit Sauerstoff und der damit einhergehenden Freisetzung von Gasen bilden sich gleichzeitig die Mikroporen in der HMBL-Schicht 11 aus.

Anschließend wird anstelle des Quarzsandes Si_3N_4 -freie, hochreine, synthetische Quarzglas-Körnung eingestreut, wobei der Lichtbogen langsam aus der Schmelzform nach oben herausgezogen wird. Dabei bildet sich die transparente TH-Schicht 12 im Abtragungsbereich der Seitenwand 8 entsprechend dem oben erläuterten Verfahren.

Sobald der Lichtbogen in den Randbereich der Außenform gelangt, wird anstelle der hochreinen synthetischen Quarzglas-Körnung wieder Quarzsand eingestreut, aus der die Quarzglas-Schicht 14 entsprechend gebildet wird.

Nach dem Abkühlen der so hergestellten Vorform wird der Abscheidungsbereich um die HMBL-Schicht 11 durch Sandstrahlen weiter aufgeraut und durch kurzes Ätzen gereinigt, wobei die in Figur 4 gezeigte Oberflächenstruktur mit offenen Mikroporen erzeugt werden. Zum Sandstrahlen wird relativ weiche Quarzglas-Körnung eingesetzt, die die Oberfläche nur wenig beeinträchtigt. Zur Fertigstellung der Quarzglas-Glocke wird anschließend noch der Flansch 10 angeschmolzen.

Bei dem in **Figur 3** dargestellten Bauteil handelt es sich um ein vertikal orientiertes Heizrohr 16, durch das Quarzglas-Granulat hindurchgeleitet und dabei auf hohe Temperaturen um 1500 °C erhitzt wird. Dabei dampft SiO_2 ab und schlägt sich als Sublimat an den kälteren Stellen der Rohr-Innenwandungen nieder.

Das Heizrohr 16 besteht aus einem Quarzglasrohr 17, das innen vollständig mit einer HMBL-Schicht 18 versehen ist. Die HMBL-Schicht 18, die eine Dicke von ca. 4 mm aufweist, zeichnet sich durch hohes Haftvermögen für das Sublimat aus und verhindert so das Herabfallen von Sublimat-Teilchen von der Innenwandung des Heizrohres 16. Die Morphologie der HMBL-

Schicht 11 entspricht der in Figur 4 gezeigten Oberflächenstruktur; auf die obigen Angaben dazu wird verwiesen.

Das Quarzglasrohr 17 wird nach einem bekannten Rotationsschmelz-Verfahren hergestellt, bei dem SiO_2 -Körnung einer waagrecht orientierten und um ihre Längsachse rotierenden Form zugeführt und darin aufgeschmolzen wird. Infolge ihrer Rotation bildet sich dabei an der Innenwandung der Form das Quarzglasrohr 17 aus. Anschließend wird die Innenwandung des noch heißen Quarzglasrohres 17 über ihre gesamte Länge und über den gesamten Umfang mit Quarzsand beschichtet, dem 0,08 Gew.-% Si_3N_4 und 0,02 Gew.-% SiC beigemischt sind. Das innenbeschichtete Quarzglasrohr 17 wird anschließend unter oxidierender Atmosphäre auf eine Temperatur um 1600 °C erhitzt, wobei es um seine Längsachse rotiert wird. Dabei schmilzt das Pulvergemisch der Innenbeschichtung unter Freisetzung von gasförmigen Kohlenstoff- und Stickstoffverbindungen auf, wodurch sich die porenhaltige HMBL-Schicht 18 bildet.

Nach dem Abkühlen des so hergestellten Rohlings wird der Abscheidungsbereich, in diesem Fall die gesamte HMBL-Schicht 18, durch Ätzen weiter aufgeraut und gereinigt.

Patentansprüche

1. Quarzglas-Bauteil für ein Reaktorgehäuse, umfassend einen Substratkörper aus einer ersten Quarzglas-Qualität, mit einer einem Reaktor-Innenraum zugewandten Innenoberfläche, die in mindestens einem Aufrauhungsbereich eine mittlere Rauhtiefe R_a von mehr als 1 μm aufweist, dadurch gekennzeichnet, daß im Aufrauhungsbereich eine auf dem Substratkörper (1; 7; 17) ausgebildete Blasenschicht (5; 11; 18) aus einer zweiten Quarzglas-Qualität vorgesehen ist, die offene Poren (31) aufweist.
2. Quarzglas-Bauteil nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Dicke der porenhaltigen Blasenschicht (5; 11; 18) zwischen 0.5 mm und 5 mm liegt, wobei sie in porenfreies oder porenarmes Quarzglas eingebettet ist.
3. Quarzglas-Bauteil nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Innenoberfläche in einem Abtragungsbereich von einer Transparentsicht (13) aus hochreinem Quarzglase gebildet wird.
4. Quarzglas-Bauteil nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Transparentsicht (13) in Quarzglas geringerer Reinheit eingebettet ist.
5. Quarzglas-Bauteil nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Porenvolumen der Blasenschicht mindestens 3%, bevorzugt mindestens 5 %, beträgt.
6. Quarzglas-Bauteil nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der mittlere Durchmesser der Poren der Blasenschicht im Bereich zwischen 50 μm und 150 μm beträgt, mit der Maßgabe, daß für die Ermittlung des mittleren

Durchmessers Poren mit einem Durchmesser von weniger als 10 μm außer acht gelassen werden.

7. Quarzglas-Bauteil nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Porendichte in der Blasenschicht mindestens 30 Poren/ mm^2 beträgt.
8. Verfahren zur Herstellung eines Quarzglas-Bauteils für ein Reaktorgehäuse, insbesondere für eine Reaktorkammer einer Plasma-Ätzeinrichtung, umfassend die folgenden Verfahrensschritte:
 - a) Formen eines Rohlings aus SiO_2 -haltiger Körnung,
 - b) teilweises oder vollständiges Verglasen des Rohlings durch Erhitzen auf eine Temperatur oberhalb von 1000 $^{\circ}\text{C}$,
dadurch gekennzeichnet,
 - c) daß der Körnung beim Formen der Innenoberfläche des Rohlings in einem Aufrauhungsbereich eine beim Verglasen unter Freisetzung eines Gases reagierende Zusatzkomponente zugesetzt wird, und
 - d) daß durch die Freisetzung des Gases im Aufrauhungsbereich eine porenhaltige Blasenschicht (5;11;18) erzeugt wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Rohling im Aufrauhungsbereich aufgeraut wird, indem oberflächennahe Poren (31) der Blasenschicht (5; 11; 18) geöffnet werden.
10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Öffnen der Poren (31) durch Ätzen erfolgt.
11. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Öffnen der Poren (31) durch Sandstrahlen unter Verwendung einer Quarzglaskörnung erfolgt.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß als Zusatzkomponente Si_3N_4 eingesetzt wird.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß beim Formen der Innenoberfläche des Rohlings nach Verfahrensschritt a) in einem

Abtragungsbereich hochreine SiO_2 -Körnung eingesetzt wird, die beim Verglasen nach Verfahrensschritt b) zu einer Transparentsicht (13) verglast wird.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß hochreine Körnung aus synthtisch hergestelltem SiO_2 eingesetzt wird.
15. Verwendung des Bauteils nach einem der Ansprüche 1 bis 7 als Reaktorkammer einer Plasma-Ätzvorrichtung.

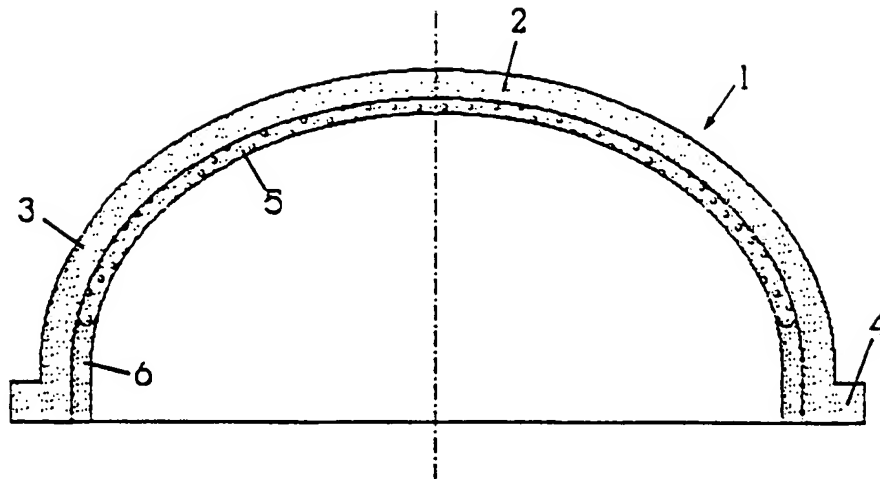


Fig. 1

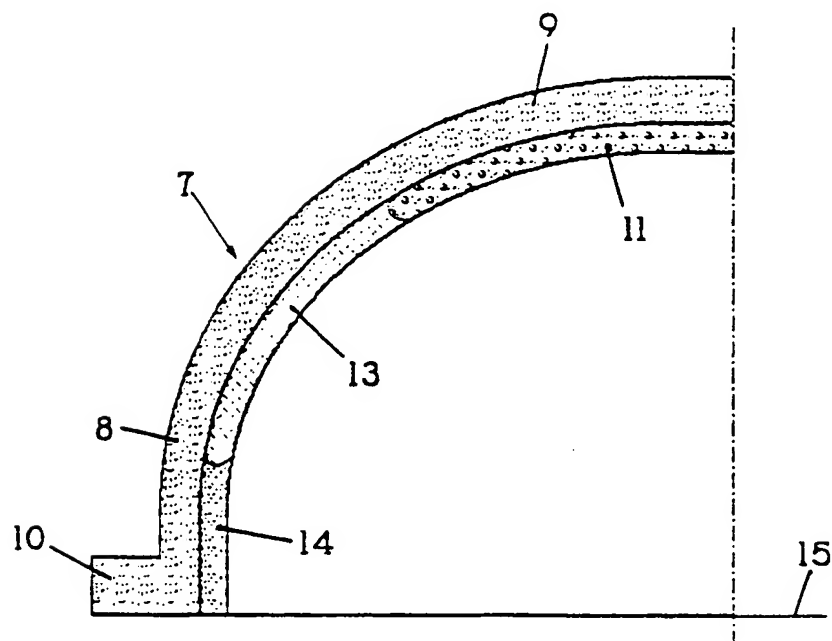


Fig. 2

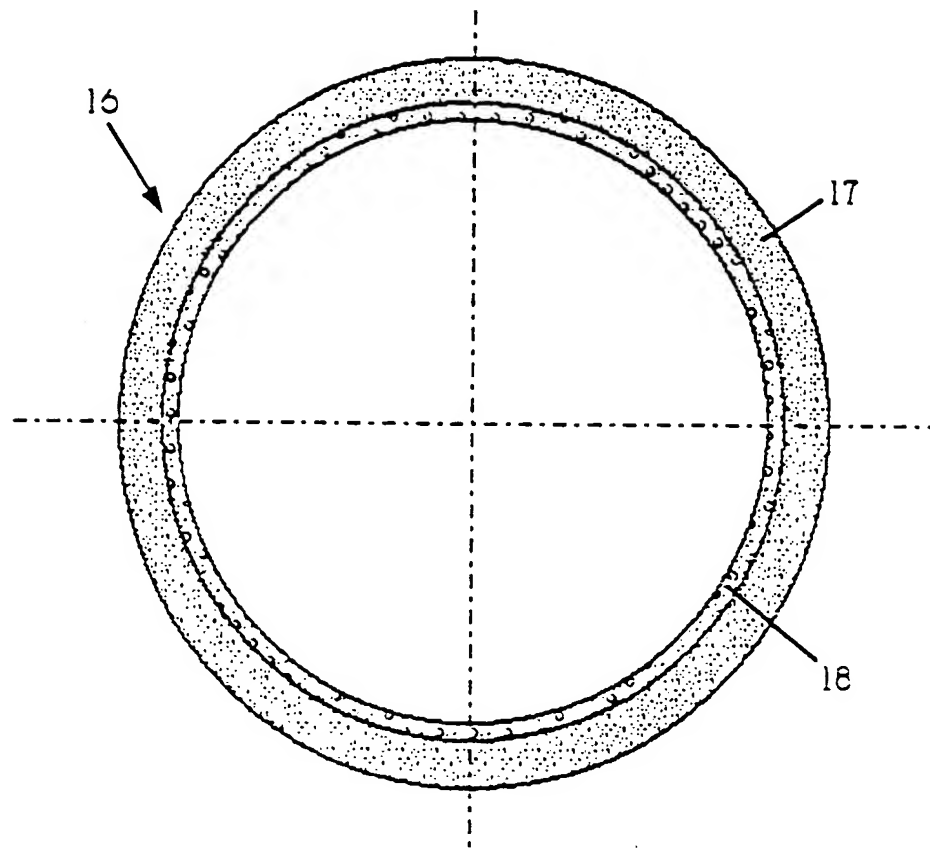


Fig. 3

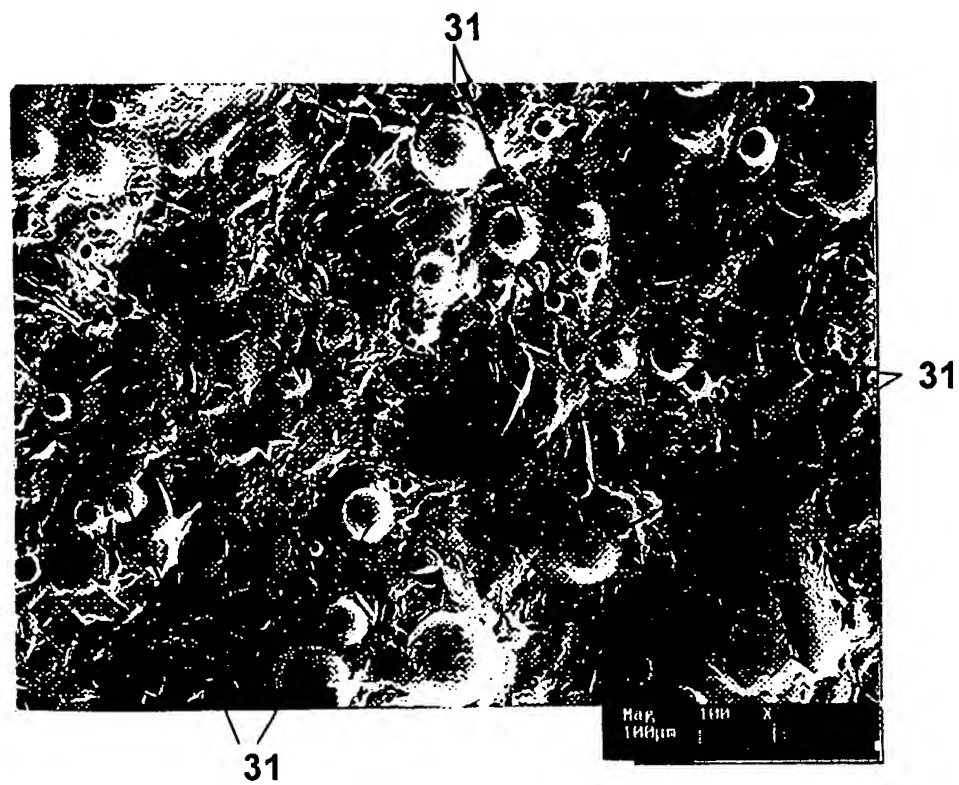


Fig. 4